

Application No.

**Hakemuksen nro 742578 tiedot :**

**Hakemuksen tyyppi:** National application, national patent  
**Patenttinro/Rekisterinro:** 52876  
**Patentin laji:** Ordinary patent - Normaali hakemus  
**Julkiseksitulosvm:** 4.3.1976  
**Hakemispvm:** 3.9.1974  
**Hakemuksen alkupvm:** 3.9.1974  
**Myöntämispvm:** 17.10.1978  
**Tila:** Hakemus jäänyt sillensä/Patentti rauennut  
**Maksettuja vuosimaksuja:** 16 kpl  
**Vuosimaksun maksupäivä:** 29.8.1989  
**Etuoikeustiedot:**  
**IPC-pääluokka:** D21C 9/02  
**IPC-luokat:** D21C 9/02  
**Hakija/haltija:** A. Ahlström Osakeyhtiö  
**Keksijä:** Arhippainen , Bengt  
**Keksijä:** Gullichsen , Johan  
**Asiamies:** Berggren Oy Ab  
**Nimitys (suom. kiel.):** Menetelmä alkalisen keiton  
selluloosamassan pesemiseksi.  
**Nimitys (ruots. kiel.):** Förfarande för tvättning av en  
cellulosamassa från alkalikok.

**Hakemuksen toimenpidetiedot :**

Toimenpidepvm	Toimenpide
17.10.1978	Hakemus hyväksytty ja patentti myönnetty - Applic accepted and patent granted

**Hakemukseen liittyvät päätökset :**

Viraston päätöksen lähettämispvm	Hakijan määräaika vastata	Hakijan vastauspvm	Kirjeen nimi
			Ei vastauksia

**Muu hakemukseen/patenttiin liittyvä posti :**

Asiakirjan saapumispvm	Asiakirjan nimi
	Ei postia

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY



Patentti- ja rekisterihallitus  
Patent- och registerstyrelsen

- (51) Kv.lk./Int.Cl. D 21 C 9/02 (11)
- (21) Patentihakemus — Patentansökning 2578/74
- (22) Hakemispäivä — Ansökningsdag 03.09.74
- (23) Alkupäivä — Giltighetsdag 03.09.74
- (41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig 04.03.76
- (44) Nähtäväksiapanon ja kuul.julkaisun pvm. —  
Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 31.08.77
- (45) Patentti myönnetty — Patent meddelat 17.10.78
- (32) (33) (31) Pyydetty etuolkeus — Begärd prioritet

(73) A. Ahlström Osakeyhtiö, Noormarkku, Suomi-Finland(FI)

(72) Bengt Arhippainen, Tähtitorninkatu 4 A 8, 00140 Helsinki 14,  
Johan Gullichsen, Tähtitorninkatu 6 C 38, 00140 Helsinki 14,  
Suomi-Finland(FI)

(74) Berggren Oy Ab

(54) Menetelmä alkalisen keiton selluloosamassan pesemiseksi - Förfarande för  
tvättning av en cellulosamassa från alkalikok

Tämä keksintö kohdistuu menetelmään alkalisen keiton selluloosamassan pesemiseksi.

Alkalisen keiton selluloosamassan pesu suoritetaan tavallisesti vedellä tai prosessilauhteilla vastavirtaan kytketyistä pesulaitteista koostuvassa järjestelmässä. Osa pesuhäviöistä, so. se osa epäorgaanista ja liuennutta orgaanista ainesta, joka on pesun jälkeen jäljellä kuituaineessa, on kemiallisesti sitoutunut, sorboitoinut tai sulkeutuneena kuitumateriaalissa siten, ettei sitä voida poistaa vedellä. Alentamalla pesuliuoksen pH-arvoa happoa lisäämällä voidaan vapauttaa se osa, jota ei kyetä poistamaan vedellä. Tällöin on kuitenkin esitetty syntyvän joitakin haittavaikutuksia. Alkalisesti liuotettu ligniini ja muu orgaaninen aines saostuvat pH-arvoa alennettaessa ja jos kuidut on keitetty sulfaatti-, polysulfidi- tai rikkivetykeitossa, vapautuu rikkivetykaasu hapon ja jätelipeän sulfidien välisen reaktion vaikutuksesta. Happopesua sovelletaan menetelmänä, kun halutaan erottaa hivenaineita kuten sellaisia raskaita metalleja, joiden on havaittu katalysoivan selluloosan hajoamista nk. happikaasuvalkaisussa tai delignifioinnissa. Tämä vaihe sijoitetaan erik-

seen pesun ja sitä seuraavan happikaasukäsittelyn väliin. Tästä käsittelystä johdetaan suodos suoraan viemäriverkostoon.

Yleinen suuntaus selluloosateollisuudessa on vähentää nestemäisiä ja kaasumaisia jätteitä sulkemalla valmistuksen nestekiertojärjestelmiä. Tämä merkitsee sitä, että saastuminen kiertojärjestelmässä lisääntyy, mikä voidaan nestepuolella kompensoida ottamalla käyttöön useampia vastavirtaan kytkettyjä pesuvaiheita. Tämä toimenpide lisää kuitenkin huomattavasti tuotantokustannuksia.

Esillä oleva keksintö, jonka pääasiallisimmat tunnusmerkit selviävät oheisista patenttivaatimuksista, kohdistuu järjestelmään, jossa kemiallisilla keinoilla, lähinnä alentamalla pH-arvoa yhdessä tai useamassa pesujärjestelmän nestekierrossa, nostetaan kokonaispesutehoa. Sen ohella saavutetaan joukko olennaisia etuja:

Jos jäteliemen pH-arvo alennetaan, vaalenee sen väri huomattavasti, mitä voidaan käyttää hyväksi mm. tehtaissa, joissa nestepuolella on avoin sihtiosasto, jolloin jäteveden värillä on olennaista merkitystä ympäristötekijänä.

Sihtiosastolla tapahtuva kuohaaminen on ongelmana kaikissa alkali-pohjaisissa selluloosaprosesseissa. Kuohaaminen vähenee huomattavasti, kun pH-arvoa alennetaan.

Kuitujen valkoisuus nousee huomattavasti happopesun ansiosta erityisesti, jos valitaan happo, joka on hapettava. Tätä vaikutusta voidaan käyttää hyväksi sellaisten valkaisuaineiden laatu- ja valmistuksessa, jossa kuitujen värillä ja vaaleusasteella on kuitenkin merkitystä.

Tavanomainen valkaisu aloitetaan happamalla kloorilla tai klooridioksidivaiheella. Merkitsevä osa valkaisuaineesta kuluu tässä vaiheessa alkalisen kuitususpension neutralointiin, mikä osuus suhteellisesti lisääntyy valkaisua edeltävän pesu- ja sihtiosastojen nestekiertojen sulkemisasteen kasvaessa. Hapettamalla pesemön kiertojärjestelmässä oleva neste voidaan siis vähentää kalliiden valkaisukemikaalien kulumista neutralointiin.

Jos käytetään hapettavaa happoa, kuten rikkidioksidivettä tai rikki-

hapoketta, klooridioksidin ja rikkihapon sekoituksia, klooria jne. voidaan välttää pelätyn rikkivedyn syntyminen siten, että jäteliemen sulfidit ja mahdollisesti vapaa rikkivety tai merkaptani hapetetaan sulfiiteiksi, sulfaateiksi, tiosulfaateiksi tai alkuainerikiksi.

Pelättyt haittavaikutukset orgaanisen aineen saostumisessa voidaan estää siten, että hapotus suoritetaan sellaisessa vaiheessa, missä jäteliemen väkevyys on riittävän matala, jotta mahdollinen saostuminen on merkityksetöntä.

Muutamia esimerkkejä:

#### Esimerkki 1

Täydessä teknisessä mittakaavassa suoritettu kokeilu, periaatteessa kuviossa 1 esitetyn järjestelmän mukaan, tehtiin koivusulfaattimassalla, joka pestiin viidessä eri vastavirtaan kytketyssä vaiheessa, jotka koostuivat 45 min keittopesusta jatkuvatoimisessa keittimessä sekä neljästä samaan torniin sijoitetusta jatkuvatoimisesta diffusöörivaiheesta. Vaiheiden 3 ja 4 välillä oleva kiertoneste tehtiin happameksi rikkidioksidivedellä pH-arvoon 3. Tulosta verrattiin siihen tulokseen, joka oli saatu ilman rikkidioksidihapotusta. Tulos, joka selviää oheisesta taulukosta osoittaa selvästi, että kokonaispesuhäviöt ilmaistuna natriumsulfaattina/tonnia ilmakeivaa massaa vähenivät 40 %:iin, massan valkoisuus nousi 5 SCAN-yksiköllä ja että syrjäytysteho nousi huomattavasti kaikissa diffusöörivaiheissa, rikkidioksidin kulutuksen ollessa 6,5 kg/tonni ilmakeivaa massaa.

	Ilman SO <sub>2</sub>	SO <sub>2</sub> :lla
Nesteen pH-arvo:		
vaiheeseen 1	11	7,8
2	10,7	6,6
3	10,5	2,9
4	7,0	7,0
poistuva massa		
- pH	10	5,1
- valkoisuus % SCAN	33,6	38,7
- pesuhäviö, kokonais-Na kg Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /tonni	8,8	3,6
- pesuhäviö, pestävä Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /tonni	3,3	3,0
- syrjäytysteho E		
vaihe 1	5,3	6,5
2	2,8	3,8

Esimerkki 2

52876

Mäntysulfaattiliemi hapotettiin rikkidioksidivedellä, lipeän ekstinktio mitattiin sinisellä suotimella aaltopituudella 415 nm. Kuviossa 2 esitetty tulos osoittaa selvästi, kuinka voimakkaasti jäteliemen väri on riippuvainen sen pH-arvosta.

Esillä oleva keksintö voidaan kuvata (kuvio 3) järjestelmänä, jossa suspensio A, joka koostuu kuiduista ja puun alkalisen keiton jäteliemestä, johdetaan monivaiheisen vastavirtaan kytkettyjen pesulaitteiden järjestelmän läpi. Syrjäytysneste vaiheeseen N, joka vastaa N+1-vaiheen suodosta, tehdään happameksi sopivaan pH-arvoon hapolla B, joka edullisesti voi olla hapettava aine, esim. rikkidioksidivesi, klooridioksidin tai rikkihapon seos, kloorivesi jne. Näin happameksi tehty kuitususpensio johdetaan edelleen vaiheeseen N+1, missä hapan neste syrjäytetään kuitususpensiosta pesuvedellä, joka voi olla joko ns. raakaa tehdasteluvettä, hapanta, neutraalia tai alkalista kiertovettä jostakin valmistusprosessin myöhemmästä käsittelyvaiheesta. Vaiheesta N+1 saatu suodos käytetään kokonaan tai osittain pesunesteenä vaiheessa N hapolla B suoritettua hapotuksen jälkeen. Siinä tapauksessa, että halutaan erityisesti poistaa pesujärjestelmästä erotetut komponentit kuten myöhemmässä prosessissa ei-toivotut hivenaineet, voidaan nesteen osa C vaiheesta N+1 johtaa toiseen osaan valmistusprosessia, edullisimmin kemikaalien regenerointiosastoon ja käyttää siellä laimennus- tai pesunesteenä.

Hapettaminen voidaan suorittaa jopa pH-arvon 3 alapuolelle ja hapotuksen sijoittaminen pesujärjestelmään voidaan valita siihen kohtaan, jossa pesuvaiheeseen tulevan kuitususpension liuennut kuiva-ainepitoisuus on ekvivalentti natriumsulfaattimäärään 250 kg/tonni massaa saakka. Pesulaitteina voidaan käyttää suodattimia tai diffuusoreja tms.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä alkalikeitosta peräisin olevan selluloosamassan pesemiseksi, jolloin massaa syötetään monivaihepesulaitteistoon, jossa on monta vastavirtaan kytkettyä pesulaitetta, t u n n e t t u siitä, että pesunesteeseen lisätään happoa, hapotettua kuitususpensiota johdetaan edelleen seuraavaan vaiheeseen, missä hapotettua nestettä syrjäytetään kuitususpensiosta pesuvedellä ja tästä vaiheesta saatua nestettä käytetään ainakin osittain pesunesteenä edellisessä vaihees-

sa hapolla suoritettun hapotuksen jälkeen.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hapottaminen suoritetaan sellaisessa pesuvaiheessa, johon saapuvan kuitususpension irtokuiva-ainepitoisuus on ekvivalenttinen 250 kg:n kanssa natriumsulfaattia massatonnaa kohti.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hapottaminen suoritetaan edellistä viimeisessä pesuvaiheessa.
4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pesunesteeseen lisätään niin paljon happoa, että sen pH laskee alle 3.
5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pesunesteeseen lisätään hapettavaa happoa.
6. Patenttivaatimusten 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pesunesteeseen lisätään hapon lisäksi jotain hapettavaa ainetta selluloosamassan ja jätelipeän rikkiyhdisteiden yhdistetyksi hapettamiseksi.
7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kuitususpensiosta syrjäytettyä hapotettua nestettä käytetään ainakin osittain laimennus- tai pesuvetenä kemikaalien talteenotossa.

## Patentkrav

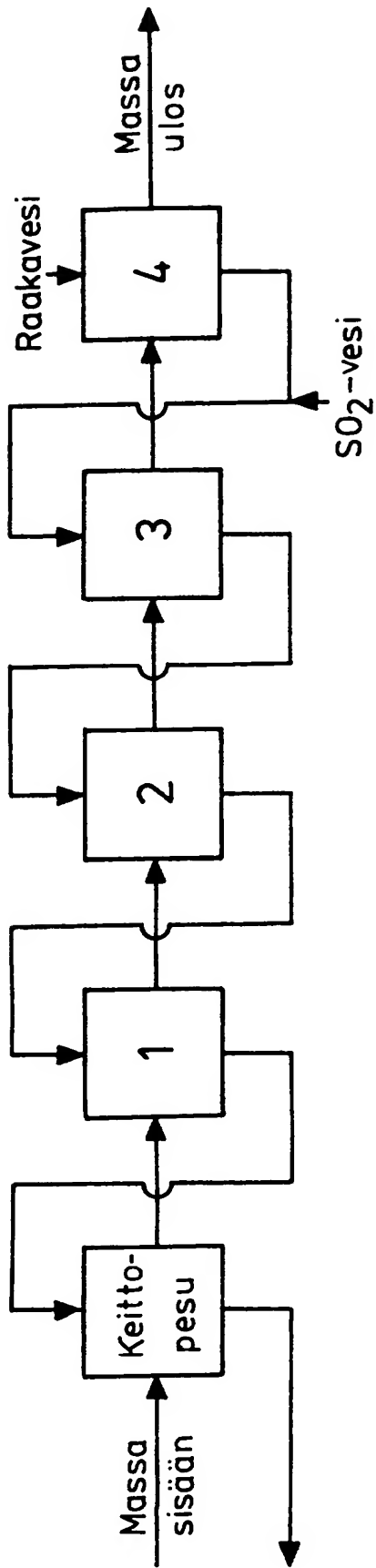
52876

1. Sätt att tvätta cellulosamassa från ett alkaliskt kok, varvid massan matas till ett flerstegs tvättssystem med flera i motström kopplade tvättapparater, k ä n n e t e c k n a t av att till tvättvätskan tillsätts syra, den surgjorda fibersuspensionen ledes vidare till följande steg, där surgjord vätska förtränges ur fibersuspensionen medelst tvättvatten och att den från detta steg erhållna vätskan används åtminstone till en del som tvättvätska i ett föregående steg efter surgörningen med syra.
2. Sätt enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t av att surgörningen utföres i ett sådant tvättsteg, vid vilket lösfriämneshalten hos den inkommande fibersuspensionen är ekvivalent med 250 kg natriumsulfat per massaton.
3. Sätt enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t av att surgörningen utföres i det sista tvättsteget.
4. Sätt enligt patentkravet 1,2 eller 3, k ä n n e t e c k n a t av att till tvättvätskan sättes så mycket syra, att dess pH sjunker under 3.
5. Sätt enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t av att till tvättvätskan sättes en oxiderande syra.
6. Sätt enligt patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a t av att till tvättvätskan förutom syra sättes något oxiderande ämne i och för kombinerad oxidering av cellulosamassans och avfallslutens svavelföreningar.
7. Sätt enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t av att från fibersuspensionen förträngd surgjord vätska åtminstone delvis användes såsom utspädnings- eller tvättvatten vid kemikalieåtervinningen.

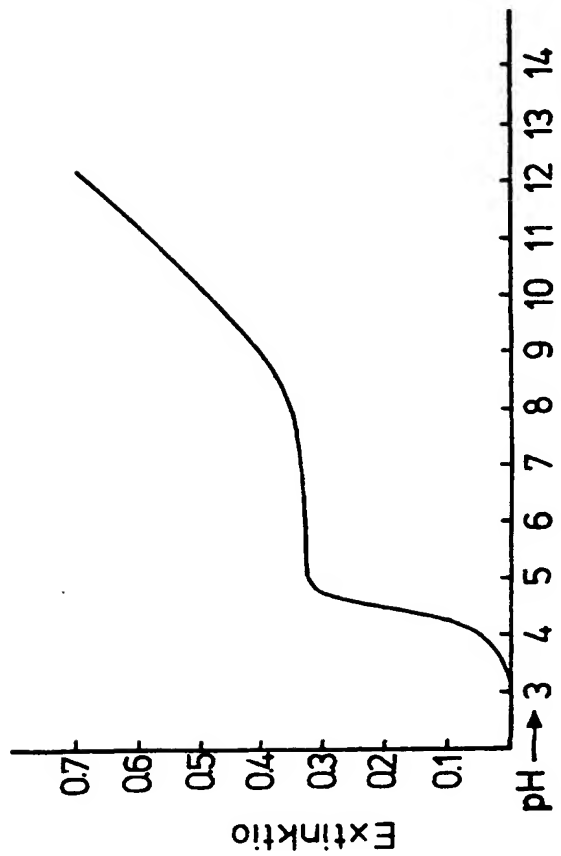
## Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Julkaisia suomalaisia patenttihakemuksia:-Offentliga finska patentansöknings-  
113/68 (D 21 o)  
Muita julkaisuja:-Andra publikationer: Paperi ja Puu, vol. 46, no 4a (1964)  
p. 257-263. Ilmo Yrjälä, Reino Räsänen, Henrik Bruun: "Studies in Foam  
Formation in Pulping Processes".

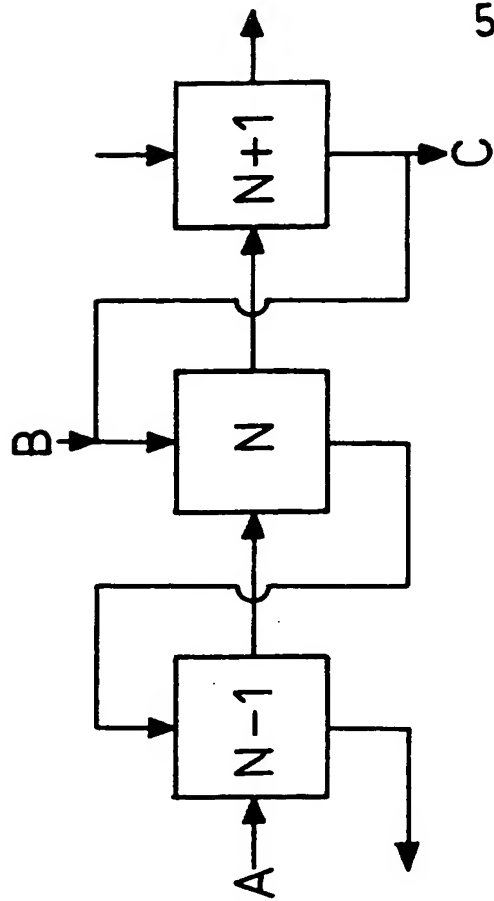
Kuv. 1



Kuv. 2



Kuv. 3





This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**